एकक-3

शुद्धीकरण एवं शुद्धता की कसौटी

गुणात्मक विश्लेषण करने के लिए पदार्थ का शुद्ध होना अत्यंत आवश्यक है। इसलिए हम पहले पदार्थ का शुद्धीकरण करते हैं और फिर इसकी शुद्धता की जाँच करते हैं। यौगिक के शुद्धीकरण के लिए क्रिस्टलीकरण, आसवन, उर्ध्वपातन, क्रोमैटोग्रैफी इत्यादि अनेक तकनीक उपलब्ध हैं। इस एकक में आप पदार्थ के शुद्धीकरण के लिए क्रिस्टलीकरण की तकनीक सीखेंगे। पदार्थ की शुद्धता का निर्धारण इसके गलनांक या क्वथनांक की जाँच द्वारा किया जा सकता है। इस एकक में गलनांक और क्वथनांक निकालने की तकनीक का भी वर्णन किया जाएगा। शुद्ध पदार्थों के गलनांक और क्वथनांक सुनिश्चित होते हैं। इसलिए पदार्थों के गलनांक और क्वथनांक को शुद्धता की कसौटी के रूप में उपयोग में लाया जा सकता है।

प्रयोग 3.1

उद्देश्य

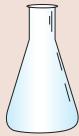
निम्नलिखित यौगिकों में से किसी एक के अशुद्ध नमूने को क्रिस्टलीकरण द्वारा शुद्ध करना– पोटैश ऐलम (फिटकरी), कॉपर सल्फेट, बेन्ज़ोइक अम्ल।

सिद्धांत

क्रिस्टलीकरण विशेषकर उस स्थिति में यौगिक के शुद्धीकरण की तकनीक है जब अभिक्रिया से प्राप्त मूल अपरिष्कृत पदार्थ अत्यंत अशुद्ध हो। प्रक्रिया का पहला चरण एक ऐसे विलायक या विलायकों के मिश्रण को ढूंढना है जिसमें अपरिष्कृत पदार्थ गरम करने पर अच्छी तरह घुल जाता हो और ठंडा होने पर इसकी घुलनशीलता अत्यन्त कम हो। अब अपरिष्कृत पदार्थ को उबलते हुए विलायक की न्यूनतम मात्रा में घोल लिया जाता है जिससे संतृप्त विलयन प्राप्त हो जाए। गरम विलयन का निस्यंदन करके अघुलनशील अशुद्धियों को अलग कर लिया जाता है। क्रिस्टलीकरण बिंदु जाँचने के पश्चात् इसे धीरे-धीरे ठंडा होने दिया जाता है जिससे विलेय, घुलनशील अशुद्धियों के अधिकांश भाग को विलयन में छोड़कर क्रिस्टलित हो जाता है। क्रिस्टलों को निस्यंदन द्वारा अलग कर लिया जाता है और प्रक्रिया को तब तक दोहराया जाता है जब तक शुद्ध पदार्थ के क्रिस्टल प्राप्त न हो जाएं। कभी-कभी क्रिस्टलन को प्रारम्भ करने के लिए, ठंडा करते समय विलयन में उस पदार्थ के थोड़े से क्रिस्टल डाल दिए जाते हैं जिसका शुद्धिकरण किया जा रहा है। इसे **बीजारोपण** कहते हैं। डाला गया छोटा सा क्रिस्टल नए क्रिस्टलों की वृद्धि के लिए 'न्यूक्लियस' का कार्य करता है। क्रिस्टल की वृद्धि क्रिस्टलन की परिस्थितियों पर निर्भर करती है। अच्छे क्रिस्टल प्राप्त करने के लिए, तुरंत ठंडा करने से बचना चाहिए क्योंकि इससे छोटे और विकृत क्रिस्टल प्राप्त होते हैं।

क्रिस्टलों की शुद्धता का परीक्षण कभी-कभी क्रिस्टलों के रंग से किया जाता है। उदाहरणार्थ, शुद्ध पोटैश ऐलम (फिटकरी), कॉपर सल्फेट तथा बेन्ज़ोइक अम्ल के क्रिस्टल क्रमशः सफेद, नीले और सफेद रंग के होते हैं। अशुद्धियाँ क्रिस्टलों को रंग प्रदान करती हैं, अतः अशुद्ध क्रिस्टलों का रंग शुद्ध क्रिस्टलों से अलग होता है।

आवश्यक सामग्री

- बीकर (250 mL) – एक
- काँच की फनल – एक
- तिपाया स्टैंड – एक
- पॉर्सीलेन प्याली – एक
- काँच की छड़ – एक
- बालू ऊष्मक – एक

- पोटैश ऐलम, कॉपर सल्फेट तथा बेन्ज़ोइक अम्ल – आवश्यकतानुसार

प्रक्रिया

(i) एक बीकर में 30-50 mL आसुत जल लें और इसमें कक्ष ताप पर पोटैश ऐलम/कॉपर सल्फेट का संतृप्त विलयन बनाने के लिए ठोस अशुद्ध नमूने को थोड़ा-थोड़ा डालते हुए विलोड़न द्वारा घोलते रहें। जब ठोस घुलना बंद हो जाए तो इसे और अधिक न डालें। बेन्ज़ोइक अम्ल का संतृप्त विलयन बनाने के लिए गरम जल का प्रयोग करें।

(ii) इस प्रकार बनाए गए विलयन को निस्यंदित करके निस्यंद को पॉर्सीलेन प्याली में डाल लें। इसे बालू ऊष्मक पर रखकर तब तक गरम करें जब तक विलायक का 3/4 भाग वाष्पित न हो जाए। विलयन में एक काँच की छड़ डुबोएं और इसे बाहर निकाल कर मुँह से फूँक कर सुखाएं, यदि काँच की छड़ पर ठोस की हल्की परत बन जाए तो गरम करना बंद कर दें।

(iii) पॉर्सीलेन प्याली को वॉच ग्लास से ढक कर सामग्री को बिना छुए ठंडा होने दें।

(iv) जब क्रिस्टल बन जाएं तो मातृ द्रव (क्रिस्टलन के पश्चात बचा हुआ द्रव) को निथार कर अलग कर लें।

(v) इस प्रकार प्राप्त पोटैश ऐलम और कॉपर सल्फेट के क्रिस्टलों को पहले ठंडे जल युक्त ऐल्कोहॉल की सूक्ष्म मात्रा से धोएं जिससे चिपका हुआ मातृ द्रव निकल जाए और फिर आर्द्रता हटाने के लिए एल्कोहॉल से धोएं। बेन्ज़ोइक अम्ल के क्रिस्टलों को ठंडे जल से धोएं। बेन्ज़ोइक अम्ल ऐल्कोहॉल में विलेय है। इसके क्रिस्टलों को ऐल्कोहॉल से न धोएं।

(vi) क्रिस्टलों को निस्यंदक-पत्र की परतों में रखकर सुखा लें।

(vii) इस प्रकार क्रिस्टलों को सुरक्षित एवं शुष्क स्थान पर भंडारित करें।

(viii) शुद्ध पदार्थ की अधिकतम मात्रा प्राप्त करने के लिए चरण (ii) से (vii) तक दोहराएं।

सावधानियाँ

(क) सांद्रित करते समय पूरा विलायक वाष्पित न करें।
(ख) ठंडा करते समय विलयन को नहीं हिलाएं।
(ग) धोने के लिए द्रव की पूरी मात्रा एक बार में प्रयोग न कर इसे तीन चार बार में प्रयोग करें।

विवेचनात्मक प्रश्न

(i) निम्नलिखित में से कौन सा सूत्र पोटैश ऐलम (फिटकरी) का सही निरूपण है? समझाएं।

(क) $K^+(H_2O)_6Al^{3+}(H_2O)_6(SO_4^{2-})_2$

(ख) $K_2SO_4.Al_2(SO_4)_3.24H_2O$

(ii) समाकृतिक यौगिक किन्हें कहते हैं?

(iii) 'क्रिस्टलीकरण जल' से आप क्या समझते हैं।

(iv) अपने द्वारा बनाए गए क्रिस्टलों पर प्रबल तापन के प्रभाव का वर्णन करें।

(v) मातृ द्रव शब्द से आप क्या समझते हैं?

(vi) कौन सा ऊष्मागतिकी फलन क्रिस्टलीकरण के प्रक्रम के अनुकूल है?

(vii) संतृप्त-विलयन शब्द को समझाइये।

(viii) क्रिस्टलीकरण के लिए संतृप्त विलयन बनाना क्यों आवश्यक है?

(ix) क्रिस्टलीकरण में प्रयुक्त होने वाले प्रक्रमों का नाम बताइए।

(x) 'किप्सवेस्ट' (Kipp's waste) क्या होता है? 'किप्सवेस्ट' से फेरस सल्फेट के क्रिस्टल किस प्रकार से प्राप्त किए जा सकते हैं?

प्रयोग 3.2

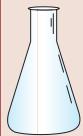
उद्देश्य

ठोस कार्बनिक यौगिक का गलनांक निर्धारित करना।

सिद्धांत

पदार्थ के अणुओं की गतिज ऊर्जा गरम करने पर बढ़ जाती है। जब यह इतनी अधिक हो जाती है कि अणुओं के मध्य प्रचालित आकर्षण बलों का प्रभाव कम कर सके तो

ठोस की जालक संरचना टूट जाती है और ठोस गलित होकर द्रव अवस्था में आ जाता है। किसी पदार्थ का गलनांक वह ताप होता है जिस पर, एक वायुमंडल दाब की स्थिति में ठोस अवस्था द्रव अवस्था में बदल जाती है।

आवश्यक सामग्री

- थीले नली/केल्डाल फ्लास्क/बीकर – एक
- थर्मामीटर – एक
- कैपिलरी (केशिका) – आवश्यकतानुसार
- क्लैम्प सहित लोहे का स्टैंड – एक
- द्रव पैराफिन/सांद्र H_2SO_4 – आवश्यकतानुसार
- कार्बनिक यौगिक (नैफ़्थैलीन/ *p*-डाइक्लोरोबेन्ज़ीन/ *p*-टॉलूडीन) – आवश्यकतानुसार

प्रक्रिया

आपदा चेतावनी

- *इन रसायनों के त्वचा और आँखों के संपर्क में आने से बचें और वाष्पों को सूंघें नहीं।*

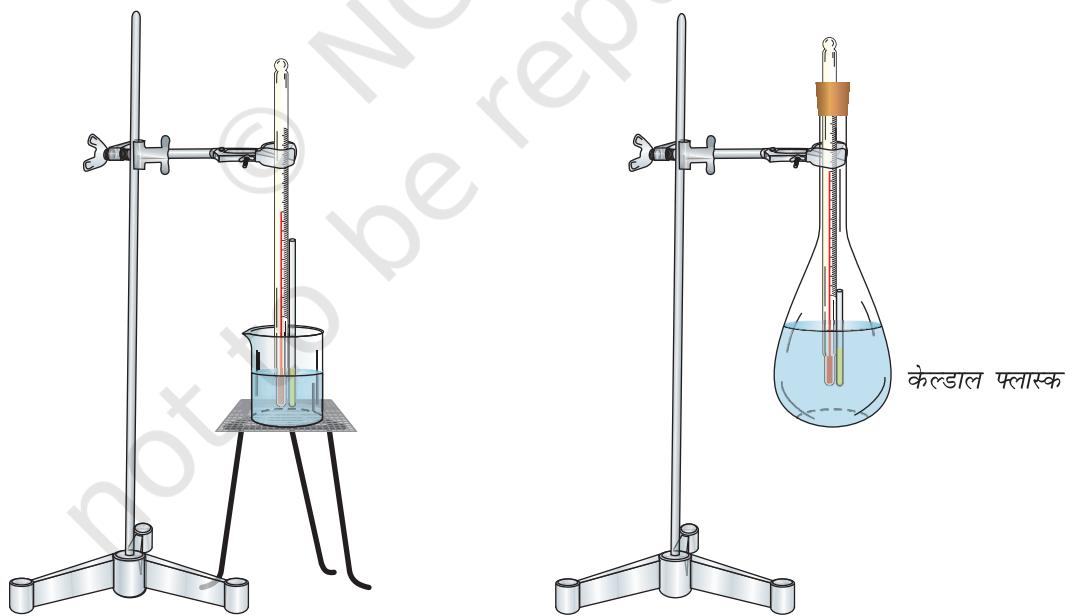
(i) एक 8 cm लंबी केशिका (capillary) लेकर इसके एक सिरे को बुन्सेन ज्वाला में गरम कर बंद कर दें। केशिका को बंद करते समय घुमाते रहें जिससे छेद पूरी तरह बंद हो जाए।

(ii) जिस पदार्थ का गलनांक निर्धारित करना हो उसके लगभग 100 mg बारीक पीस कर केशिका में लगभग 1cm तक भर लें। केशिका को भरने के लिए इसके खुले सिरे को पाउडर में डुबोएं और सील किए गए सिरे को तर्जनी उँगली और अंगूठे के बीच में पकड़कर ऊपरी सिरे को दूसरे हाथ से हल्के से थपकी दें जिससे ठोस के कण पास-पास आ जाएं और केशिका टूटे नहीं।

(iii) केशिका को बाहर से द्रव पैराफिन से भिगोकर बंद सिरा थर्मामीटर के बल्ब की ओर रखकर उस पर चिपका दें। यह संसंजक बलों (cohesive force) द्वारा थर्मामीटर पर चिपक जाएगी। ध्यान रखें कि केशिका का निचला भाग और थर्मामीटर का बल्ब एक बराबर स्तर पर रहें। तापमापी को एक ऐसे रबर कॉर्क में स्थिर कीजिए जिसमें एक तरफ वायु और वाष्प निकलने के लिए खाँचा बना हो।

(iv) एक थीले नली लें (चित्र 3.1 क) और इसमें 50-60 mL द्रव पैराफिन भर लें जिससे मुड़ा हुआ भाग पूरा भर जाए। थीले नली के विकल्प में केल्डाल फ्लास्क को प्रयुक्त किया जा सकता है।

(v) थर्मामीटर को केशिका सहित द्रव पैराफिन में डुबोएं और रबर कॉर्क को इस प्रकार से समायोजित करें कि थर्मामीटर का बल्ब और केशिका का भरा हुआ भाग पूरी तरह द्रव पैराफिन में डूबा हो तथा केशिका का खुला हुआ सिरा वायु में हो जैसा चित्र 3.1 क में दिखाया गया है। तापमापी और केशिका नली को थीले नली की दीवारों को छूना नहीं चाहिए।

चित्र 3.1 – (क) थीले नली का प्रयोग करके गलनांक निर्धारित करना

चित्र 3.1 – (ख) गलनांक निर्धारित करने के लिए प्रयुक्त होने वाले विभिन्न उपकरण

(vi) अब थीले नली को नीची ज्वाला द्वारा पार्श्व भुजा पर से गरम करना प्रारंभ करें और जैसे ही ठोस पिघलने लगे, ताप नोट कर लें। यह ताप ठोस का गलनांक होता है। यदि आपने केल्डाल फ्लास्क लिया हो तो इसे गरम करने के लिए ज्वाला को इसके पेंदे के चारों ओर घुमाएं जिससे एक समान तापन सुनिश्चित हो जाए। इसके लिए बर्नर हाथ में लें और गरम करते समय फ्लास्क के नीचे रेत ऊष्मक रख लें। दुर्घटना होने पर यह अम्ल के बिखरने से बचाव करेगा। गलनांक निकालने के लिए यही प्रयोग अन्य यौगिकों के साथ दोहराएं।

सावधानियाँ

(क) थर्मामीटर और केशिका का निचला सिरा एक ही स्तर पर रखें।

(ख) केशिका की दीवारें बहुत मोटी नहीं होनी चाहिए।

(ग) पाउडर एक समान भरा होना चाहिए और ठोस कणों के बीच अन्तराल नहीं होना चाहिए।

(घ) थीले नली को नीली ज्वाला द्वारा पार्श्व भुजा पर से गरम करना चाहिए।

(च) थीले नली अथवा केल्डाल फ्लास्क के थर्मामीटर को थामने वाले कॉर्क के एक ओर खाँचा बना होना चाहिए जिससे गरम करते समय वाष्प निकल सके और नली फटने से बची रहे।

(छ) केल्डाल फ्लास्क को आधे से अधिक न भरें।

नोट – *पैराफिन 220°C तक सुरक्षित रूप से गरम की जा सकती है। इसलिए इससे अधिक गलनांक वाले ठोस का गलनांक लेने के लिए सांद्र सल्फ्यूरिक अम्ल का प्रयोग करना चाहिए जिसे 280°C तक गरम किया जा सकता है। सल्फ्यूरिक अम्ल का सुझाव दिया गया है। अनुशंसा नहीं की जा रही। सिलिकोन ऑयल सबसे अधिक संतोषजनक द्रव हैं और सल्फ्यूरिक अम्ल के स्थान पर प्रयोग में लाए जा सकते हैं।*

विवेचनात्मक प्रश्न

(i) शुद्ध ठोस का गलनांक सुनिश्चित क्यों होता है?

(ii) ठोस के गलनांक पर अशुद्धियों का क्या प्रभाव पड़ता है?

(iii) बेन्ज़ऐमाइड का गलनांक ऐसिटैमाइड से अधिक क्यों होता है?

(iv) गलनांक निर्धारित करने के लिए पैराफिन के स्थान पर क्या अन्य किसी द्रव को प्रयोग में लाया जा सकता है?

(v) क्या हम गलनांक निर्धारित करने के लिए केशिका को सीधे ही गरम कर सकते हैं?

(vi) थीले नली/केल्डाल फ्लास्क में द्रव पैराफिन क्यों भरी जाती है?

(vii) थीले नली को पार्श्व भुजा पर से क्यों गरम किया जाता है?

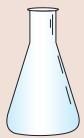
प्रयोग 3.3

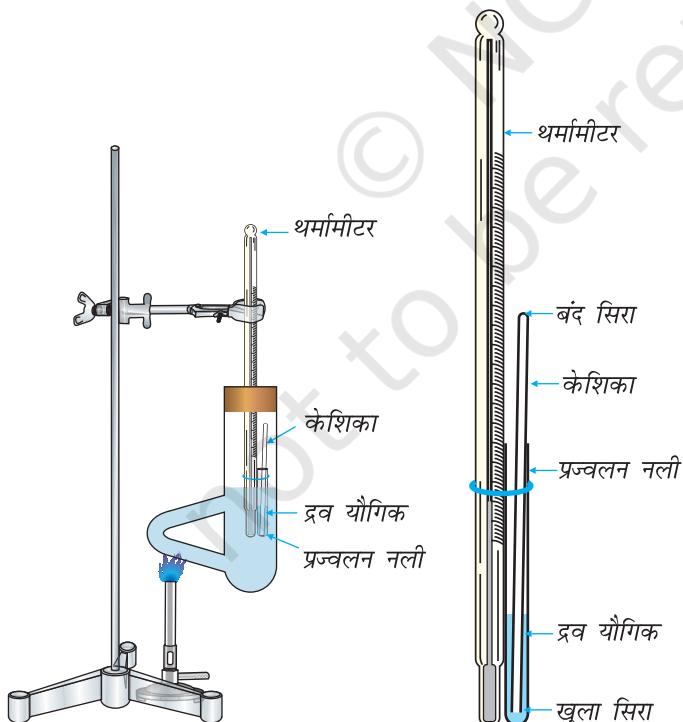
उद्देश्य

द्रव कार्बनिक यौगिक के क्वथनांक का निर्धारण करना।

सिद्धांत

द्रव का क्वथनांक वह ताप होता है जिस पर द्रव का वाष्प दाब उस वायुमंडलीय दाब के बराबर हो जाता है जो द्रव की सतह पर पड़ता है। 1.013 बार वायुमंडलीय दाब पर द्रव का क्वथनांक सामान्य क्वथनांक कहलाता है। विभिन्न द्रवों का क्वथनांक भिन्न-भिन्न होता है। द्रवों के क्वथनांक भिन्न-भिन्न होने का कारण आवश्यक रूप से द्रव के अणुओं के मध्य अंतराआण्विक बलों में अंतर के कारण होता है।

आवश्यक सामग्री

- थीले नली/केल्डाल फ्लास्क – एक
- थर्मामीटर – एक
- क्लैम्प सहित लोहे का स्टैंड – एक
- प्रज्वलन नली – एक
- केशिका – एक

- द्रव कार्बनिक यौगिक – 1 mL
- द्रव पैराफिन सांद्र H_2SO_4 – आवश्यकतानुसार

चित्र 3.2 – क्वथनांक का निर्धारण करना

प्रक्रिया

(i) थीले नली को इसके मुड़े हुए भाग से ऊपर तक द्रव पैराफिन से भर दें।

(ii) प्रज्वलन नली में दिए गए द्रव की एक-दो बूदें लें और इसे रबर बैंड की सहायता से थर्मामीटर से बाँध दें जैसाकि चित्र 3.2 में दर्शाया गया है। ध्यान रखें कि तापमापी का बल्ब और प्रज्वलन नली का निचला भाग एक ही स्तर पर रहें।

(iii) लगभग 8 cm लम्बी केशिका को एक तरफ से ज्वाला पर गरम करके बंद कर लें।

(iv) केशिका को खुले छोर की ओर से प्रज्वलन नली में उपस्थित द्रव में डुबोकर रखें।

(v) थीले नली की पार्श्व भुजा को नीची ज्वाला से गरम करें।

(vi) केशिका के निचले भाग से (जो द्रव कार्बनिक यौगिक में डूबा हुआ है) निकलते हुए बुलबुलों की ओर ध्यान दें। वह ताप नोट करें जिस पर बुलबुले लगातार और तेजी से आना प्रारंभ हो जाएं। यह ताप द्रव का क्वथनांक है।

नोट – *अधिक उच्च क्वथनांक वाले द्रवों का क्वथनांक निर्धारित करने के लिए पैराफिन को गरम करने का माध्यम नहीं बनाया जा सकता।*

सावधानियाँ

(क) क्वथनांक के लिए वह ताप नोट करें जिस पर केशिका के निचले भाग से, जो द्रव कार्बनिक यौगिक में डूबा है, लगातार और तेजी से बुलबुले आना प्रारंभ हो जाएं।

(ख) प्रज्वलन नली का निचला भाग और थर्मामीटर का बल्ब एक समान स्तर पर रखें।

(ग) थीले नली की पार्श्व भुजा को धीरे-धीरे गरम करें।

(घ) थीले नली में भरे गए द्रव का क्वथनांक उस द्रव से 50-60°C अधिक होना चाहिए जिसका क्वथनांक निकालना है।

विवेचनात्मक प्रश्न

(i) कार्बन टेट्राक्लोराइड का क्वथनांक निकालने के लिए एक उपयुक्त द्रव का सुझाव दें जिसे थीले नली में भरा जा सके।

(ii) क्वथनांक निर्धारण के लिए द्रव पैराफिन के स्थान पर क्या किसी और द्रव का उपयोग किया जा सकता है?

(iii) मान लीजिए किसी द्रव का क्वथनांक दिल्ली में 100°C है। पर्वतीय क्षेत्र में यह ऐसा ही रहेगा या भिन्न होगा? कारण लिखिए।

(iv) प्रेशर-कुकर में खाना जल्दी क्यों पक जाता है?

(v) जल की एक समान मात्रा में यूरिया, पोटैशियम क्लोराइड और पोटैशियम सल्फेट की सममोलर (बराबर मोल) मात्रा घोलने पर, जल का क्वथनांक किस प्रकार परिवर्तित होगा?

(vi) $C_4H_{10}O$ सूत्र प्रदर्शित करने वाले ऐल्कोहॉल के समायवयवियों के क्वथनांकों में अन्तर क्यों होता है?

क्या आप जानते हैं?

क्रिस्टलन की तकनीक सीखना केवल शुद्धिकरण की दृष्टि से ही महत्वपूर्ण नहीं है अपितु यह एक बड़ा क्रिस्टल बनाने में भी उपयोगी है; क्योंकि एकल क्रिस्टलों के अध्ययन, बताते हैं कि इनमें अनेक उपयोगी प्रकाशिक एवं विद्युतीय गुण होते हैं। उदाहरणार्थ, सिलिकॉन के लेशमात्र अशुद्धियों वाले क्रिस्टलों की स्लाइस का उपयोग सोलर बैटरियाँ बनाने तथा उपग्रहों में प्रयुक्त उपकरणों में किया जाता है। रेडार, दूरदर्शन और रेडियो में आवृत्ति नियंत्रित करने के लिए कुछ क्रिस्टलों की स्लाइस उपयोग में लाई जाती हैं। इसके अतिरिक्त कुछ यौगिकों के क्रिस्टल माइक्रोफोन और इयरफोन में प्रयोग किए जाते हैं। अब आपको इसका बोध हो गया होगा कि रसायनज्ञ के लिए इस तकनीक को सीखना कितना आवश्यक है।